

OPEN END SEALING METHOD FOR CERAMIC HONEYCOMB STRUCTURE

Publication number: JP63058620 (B)

Publication date: 1988-11-16

Inventor(s): OGAWA YUTAKA, ; YAMADA SHIYUNICHI, ; HAMANAKA TOSHIYUKI

Applicant(s): NIHON GAISHI KK

Classification:

- international: *B01D39/20; B01D46/00; B01D46/24; B01J35/04; B32B18/00; C04B38/00; D01F9/28; F01N3/022; B01D39/20; B01D46/00; B01D46/24; B01J35/00; B32B18/00; C04B38/00; D01F9/14; F01N3/022*


- European: *B01D46/24F6P; B01D46/00B; B01J35/04; C04B38/00B; D01F9/28; F01N3/022B*


Application number: JP19820163514 19820920

Priority number(s): JP19820163514 19820920

Also published as:

 JP59054683 (A)

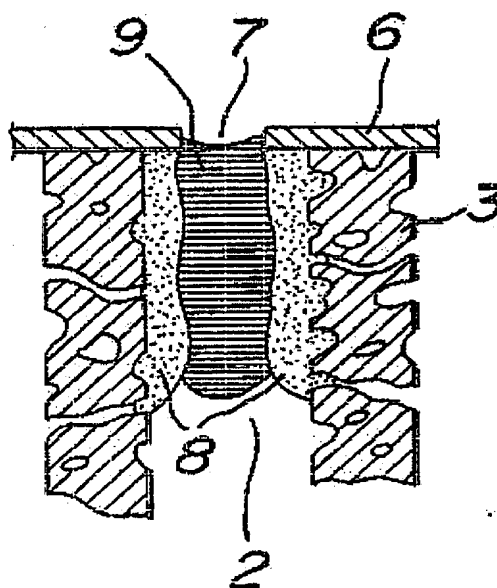
 JP1511892 (C)

 US4559193 (A)

Abstract not available for JP 63058620 (B)

Abstract of corresponding document: **US 4559193 (A)**

The disclosed method seals preselected open ends of channels of a ceramic honeycomb structural body by attaching a film to that end surface of the honeycomb structural body which is to be selectively sealed while boring holes on the film at positions corresponding to desired open ends of the channels to be sealed, dipping the end surface in a sealing material containing slurry, pressing sealing material mixture in the desired channels open ends, and then firing the ceramic honeycomb structural body with the sealing materials applied thereto.



⑬ Int. Cl.⁴B 01 J 35/04
B 01 D 39/20
46/00

識別記号

3 0 1
3 0 2

庁内整理番号

E-7158-4G
D-6703-4D
6703-4D

⑭ 公告 昭和63年(1988)11月16日

発明の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 セラミックハニカム構造体の開口端面封止方法

⑯ 特 願 昭57-163514

⑰ 公 開 昭59-54683

⑱ 出 願 昭57(1982)9月20日

⑲ 昭59(1984)3月29日

⑳ 発 明 者 小 川 裕 愛知県名古屋市中区比良3丁目269番地
㉑ 発 明 者 山 田 俊 一 愛知県名古屋市中区御影町2丁目35番地の2
㉒ 発 明 者 浜 中 俊 行 三重県鈴鹿市南若松町429番地50号
㉓ 出 願 人 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市中区瑞穂区須田町2番56号
㉔ 代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外1名
㉕ 審 査 官 酒 井 正 己

1

2

㉖ 特許請求の範囲

1 セラミックハニカム構造体の開口端面の所定の位置の貫通孔をセラミック材料で封止した後、そのセラミック材料を焼成するセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法において、封止する端面にフィルムを貼りそのフィルムの所定の部分に穴をあけ、又はあらかじめ穴をあけたフィルムをその穴をセラミック構造体の所定の貫通穴に合わせて貼り、封じ材成分を含むスラリーにディッピングした後、坯土状封じ材を圧入して封止することを特徴とするセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法。

発明の詳細な説明

本発明は自動車排気ガス、工場排出ガスなどの有毒ガス浄化等に用いられているセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法に関するものであり、特に自動車排気ガス中の浮遊微粒子などを取り除くハニカム構造を基体とするセラミックハニカム・フィルタおよび触媒担体用のセラミックハニカム構造体の開口端面貫通孔の封止方法に関するものである。

最近自動車排気ガス浄化用担体や熱交換器等に広く利用されているセラミックハニカム構造体は一定形状の貫通孔が均一に多数分布し、かつ貫通孔は平行で直線的になっているので、ガス流の圧力損失が非常に小さく、単位体積当りの表面積は大きく、しかも貫通孔は薄い壁で構成されている

ため、小さな熱量でヒートアップが容易に行える等の利点において注目されている。このセラミックハニカム構造体の単位体積当りの表面積が大きい点と多数の貫通孔を形成している隔壁が薄い点に着目して第1図および第2図に示されるように多孔質セラミック材料より成る多数の貫通孔2を有するハニカム構造体の所定の貫通孔の一端部を封じ材4で封止するとともに、残りの貫通孔の他端部を封じ材4'で封止することにより隔壁3を迂回層とする単位体積当りのフィルタ面積が大きく、圧力損失が少ないセラミックハニカムフィルタ1が得られることが知られている。すなわち貫通孔を形成している薄い多孔質隔壁がフィルタの役目をしてガス中の浮遊微粒子を迂回するものであり、ハニカム構造体貫通孔封じ材4は隔壁3と緊密に接合し、合塵ガス流がリークしないよう完全に封止せられる必要があり、セラミックハニカムフィルタ製造において、セラミックハニカム構造体開口端面貫通孔の封止は最も重要なポイントとなっている。

また触媒担体用のセラミックハニカム構造体において、その機械的強度を向上させるために第3図および第4図に示すようにハニカム構造体開口端面の外周壁近傍の貫通孔を封止することが知られているが、この場合においても封じ材はハニカム構造体の隔壁と緊密に接合している必要がある。

このようなセラミックハニカムフィルタの製法としては、特開昭57-7215号公報に開示されているように、セラミックハニカム構造体の開口端面にフィルムを貼り付け、封じたい貫通孔に穴をあけダイラタンシー特性を有する封じ材を圧入して封じする方法、また同様に封じたい貫通孔に穴をあけ、粘稠性封じ材をデイツピングにより導入する方法またエポキシ樹脂を前者方法と同様にデイツピングにより導入し硬化させた後、フィルムをはがし封じ材を高圧で導入する方法等が知られている。しかしながら圧入により封じ材を導入する場合には、封じたい貫通孔上のフィルムに穴をあける時、貫通孔開口面積に等しい確実な穴あけを必要とし、破られた穴が小さい場合、封じ材と隔壁の間にすき間を生じ特にフィルタとしての特性に重大な欠陥を発生する不都合がある。また貫通孔開口面積に等しい穴を多孔質で強度の低い貫通孔隔壁を破損することなく針治具等で迅速にあけることも困難であり、第5図に示すような外周部異形セル5を完全に封ずることも困難であつた。さらにこの場合、封じ材はダイラタンシー特性を有することが必要であり、封じ材に粘土鉱物等可塑性を有する主原料を用いる場合、坏土のチクソトロピー特性が強くなり、バインダー等の調整は非常に困難である。次にデイツピングにより封じ材を導入する従来の方法においては、封止された端面が平滑にならない欠点の他、ハニカム構造体貫通孔のセル密度が小さく、貫通孔開口断面積が大きい時には多数回のデイツピング操作を必要とする等の不都合がある。

さらにエポキシ樹脂をあらかじめ封止しない貫通孔に導入硬化する方法もその工程に時間を要するばかりでなく、樹脂の熱膨脹はセラミック材より大きいのでハニカム構造体を破損することがあり、樹脂の選択に留意しなければならない。

本発明はこれらの欠点をなくするためになされたもので、セラミックハニカム構造体の開口端面の所定の位置の貫通孔をセラミック材料で封止した後、そのセラミック材料を焼成するセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法において、封止する端面にフィルムを貼りそのフィルムの所定の部分に穴をあけ、又は穴のあいたフィルムをその穴をセラミック構造体の所定の貫通穴に合せて貼り、封止する端面を封じ材成分を含むスラリー

にデイツピングした後に坏土状封じ材を圧入して封止するセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法である。

次に本発明の構成を詳細に説明する。開口端面の貫通孔が封止されるハニカム構造体は特開昭57-7215号公報に開示されてるよう一方の開口端面にポリエステルやビニール等の有機高分子フィルムまたは樹脂を含浸させた紙が全面に貼り付けられる。本発明ではデイツピングの工程を経るため、その工程で破れることのないフィルム強度とともに耐水性にすぐれたフィルムが好ましい。

次に封じたい貫通孔の開口部分にあるフィルムの穴あけが行われるが、穴あけは針治具、レーザー光線を用いる方法等さまざまな方法が適用される。特にセラミックハニカムフィルタの場合は、封じたい貫通孔開口端面の開口断面積の40~60%程度の穴をあければよく、治具が貫通孔隔壁3に接触して隔壁を破損することなく迅速に穴をあける方法が好ましい。第5図に示すような外周部異形セル5に対しては第6図に示されるようにハニカム構造体外周部異形セル上のフィルムの中心部に一部分穴があいていればよい。外周部異形セルに対してはあらかじめフィルムを貼らずに封じ材を含むスラリーへのデイツピング工程に移行してもさしつかえない。また触媒担体用ハニカム構造体を含め、ハニカム構造体の外周部等を補強する場合には、封じ部以外の貫通孔開口端面だけにフィルムを貼り付けて封じ材の導入を行つてよい。

貫通孔封じ材は、封じ材成分を含有する封じ材スラリーとこの封じ材スラリーにデイツピングした後に導入される坏土状封じ材の2種類が用いられる。坏土状封じ材は必ずしもダイラタンシー特性を有していなくともよく、生粘土、カオリン等の可塑性を有する成分を含んでいてよい。封じ材スラリーはこの坏土状封じ材の成分を含むもの又は焼成後封じ材スラリーと坏土状封じ材が同じ材質となることが好ましいが、封じ材スラリーと坏土状封じ材の境界面のマッチングが適切であつて緊密な接着ができれば封じ材スラリーと坏土状封じ材の材質は異つていてもかまわない。封じ材がコージェライト質の場合を例にあげると、封じ材スラリーはカオリン、タルク、アルミナより成るコージェライト組成生原料バッチ40~60重量部に対して水40~60重量部、カルボキシメチルセルロ

ーズ1重量部を含むスラリーより成り、坯土状封じ材はコーゼライト粉末100重量部に対してメチルセルローズ1重量部、グリセリン10重量部、水20~30重量部を加えて混練されペースト状坯土にしたもの等を用いることができる。坯土状封じ材が生粘土、カオリン等を多く含む生原料バッチである時、坯土はチクソトロピー特性が強くなるが、封じ材スラリーによりデイツピング時に付着する封じ材の量を制御することにより緊密な封止をするように行う必要がある。

封じ材の導入はまず封じ材スラリーに封じたい貫通孔端面のフィルムが穴あけされたハニカム構造体が浸漬され、封じ材スラリーが導入される。この浸漬の深さにより封じ材導入の深さが決定されるので封じ材の厚さを一定にするためには、この浸漬深さを一定にする必要がある。また外周部異形セル5は貫通孔の開口面積が小さいこともあつて、この封じ材スラリーの導入だけでも完全に封止される場合もある。封じ材スラリーが導入されたセラミックスハニカム構造体は乾燥され、続いて坯土状封じ材が導入されるが、封じ材スラリー導入後のハニカム構造体は必ずしも完全に乾燥する必要はなく、スラリーの粘度が低く封じ材のハニカム構造体貫通孔隔壁への付着量の少ない場合にはデイツピングの工程をくり返し行つてもよい。坯土状封じ材の圧入はシリンダー内に該ハニカム構造体を入れピストンによつて坯土状封じ材を圧入する方法、坯土状封じ材の上に該ハニカム構造体を置き、上方から加圧する等の方法を用いることができる。

この坯土状封じ材の圧入によりセラミックスハニカム構造体開口端面の封止する貫通孔は完全に封止される。上記の説明の封じ材スラリーと坯土状封じ材とにより貫通孔の開口端面を封じる様子を第7図および第8図により説明するとハニカム構造体の開口端面の所定の貫通孔、すなわち封止される貫通孔2には開口端面に貼られたフィルム6に封じ材導入用の穴7があげられ、まず封じ材スラリーへのデイツピングにより封じ材8が貫通孔隔壁3に付着し、続いて坯土状封じ材9の圧入に

より貫通孔2は完全に封止される。

両端面の封じ材導入がなされたセラミックスハニカム構造体は封じ材の材質に応じた温度で焼成される。封じ材に生原料を含むものは封止されるセラミックスハニカム構造体と同程度の温度で焼成されることが望ましい。特に自動車排ガス中の微粒子を除去する目的に使用する場合、1300℃以上の耐熱性を有することが不可欠であり、したがつて封止に用いる封じ材も少なくとも同程度の焼成温度が必要である。

以下に本発明の実施例について説明する。

実施例 1

直径118mm、長さ152mm、貫通孔の隔壁の厚さ0.30mm、一平方センチメートル当りの貫通孔数約31個の形状を有するコーゼライト質セラミックスハニカム構造体の両端面に粘性樹脂を含浸させた撥水性の紙より成るフィルムを密着させて貼り付けた。次に市松模様になるように封じたい貫通孔を直径0.8mmの針治具により両端面とも穴をあけるが、穴の大きさは第8図に示すように貫通孔の開口面積の約50%程度である。この時ハニカム構造体外周部異形セルは第8図のように一部穴のあいた状態である。

第1表に示す本発明のNo.1~4、参考例のNo.1, 2の封じ材スラリーおよび坯土状封じ材を調整し、穴あけしたハニカム構造体をそれぞれ片面ずつ封じ材スラリーに封止深さ12mmとなるようにデイツピングした後150℃で乾燥し、次いで直径125mmのシリンダー内に入れ、その上にそれぞれの坯土状封じ材を置いて上から30kg/cm²の荷重をかけ片面ずつ開口端面貫通孔の封止を行つた。開口端面の所定の貫通孔が封止されたそれぞれのハニカム構造体は最高温度1420℃で2時間保持して焼成されコーゼライト質ハニカムフィルタを得た。得られたコーゼライト質ハニカムフィルタの貫通孔封止状態について封じ材の開口端面からの導入深さの測定とハニカム構造体貫通孔に平行に光線を通した時の光モレの有無によつて評価を行つた。その結果についても第1表に示す。

第 1 表

No.	本 発 明				参 考 例	
	1	2	3	4	1	2
封じ材成分 (重量%)	コージェライト ト粉末(-74 μ):51 水:48 カルボキシメ チルセルロー ズ:1	タルク(-149μ):20 カオリン(-149μ):13 焼カオリン(-149μ): 11 アルミナ(-149μ):7 水:48 カルボキシメチルセル ローズ:1	タルク(-149μ):20 カオリン(-149μ):13 焼カオリン(-149μ): 11 アルミナ(-149μ):7 水:48 カルボキシメチルセル ローズ:1	タルク(-149μ):20 カオリン(-149μ):13 焼カオリン(-149μ):11 アルミナ(-149μ):7 水:48 カルボキシメチルセルロー ズ:1	コージェライト ト粉末(-74 μ):55 水:43 カルボキシメ チルセルロー ズ:1	-
坯土状封じ 材	コージェライト ト粉末(-105 μ):100 グリセリン: 10 メチルセルロ ース:1 水:30	コージェライト粉末 (-105μ):100 グリセリン:10 メチルセルローズ:1 水:30	コージェライト粉末 (-105μ):100 ポリビニルアルコー ル:8 メチルセルローズ:1 水:30	タルク(-149μ):40 カオリン(-149μ):22 焼カオリン(-149μ):23 アルミナ(-149μ):15 グリセリン:10 メチルセルローズ:0.8 水:29	-	コージェライト ト粉末(-105 μ):100 グリセリン: 10 メチルセルロ ース:1 水:30
貫通 孔封 止状 態	封止深さ (mm)	8~16	9~15	9~15	9~15	5~41
端面よりの 光モレ*	無	無	無	無	無	有
両端面より 5mmずつ削 った時の光 モレ*	無	無	無	無	有	有

* 光モレ:セラミックハニカムファイルタの貫通孔に平行に一方の端面より光線をあて、もう一方の端面でこの光を肉眼で確認する。

実施例 2

直径118mm、長さ152mm、貫通孔の隔壁の厚さ0.43mm、一平方センチメートル当りの貫通孔数約16個のムライト質ハニカム構造体の両端面に、粘着性樹脂が塗布されたポリエチレンフィルムを貼り付け、次に両端面とも市松模様になるように封止したい貫通孔のピッチに合わせて作成した歯車をフィルム上を転がしてフィルムに穴をあけた。この時穴の大きさはハニカム構造体貫通孔の開口面積の約60%程度であり、外周部異形セルは一部分のみ穴のあいた状態である。

* 第2表に示す本発明のNo.5～7、参考例のNo.3の封じ材スラリーおよび坏土状封じ材を調整し、穴あけしたハニカム構造体を貫通孔封止深さ20mmとなるようにそれぞれの封じ材スラリーにデイツピングし、乾燥させた後、直径125mmのシリンダー内に入れそれぞれの坏土状封じ材を30kg/cm²の圧力にて圧入した。封じ材導入の終了したハニカム構造体は最高温度1400℃で2時間保持して焼成された。得られたムライト質ハニカムフィルタの貫通孔封止状態の評価結果も第2表に示す。

第 2 表

No.		本 発 明			参考例
		5	6	7	3
封じ材成分 (重量%)	封じ材スラリー	ムライト粉末(−44μ):41 水:58 カルボキシメチルセルローズ:1	ムライト粉末(−44μ):30 蛙目粘土:11 水:58 カルボキシメチルセルローズ:1	蛙目粘土:41 水:58 カルボキシメチルセルローズ:1	—
	坏土状封じ材	ムライト粉末(−44μ):100 ポリビニルアルコール:8 メチルセルローズ:1 水:31	ムライト粉末(−44μ):100 グリセリン:10 メチルセルローズ:1 水:32	ムライト粉末(−44μ):90 蛙目粘土:10 グリセリン:10 メチルセルローズ:1 水:31.5	ムライト粉末(−44μ):100 グリセリン:10 メチルセルローズ:1 水:32
貫通孔封止状態	封止深さ(mm)	18~22	17~23	17~23	5~49
	端面よりの光モレ*	無	無	無	有
	両端面より5mmずつ削った時の光モレ*	無	無	無	有

以上の実施例により明らかなように本発明のセラミックハニカム構造体の開口端面封止方法により、セラミックハニカム構造体の開口端面貫通孔のより緊密で完全な封止が可能となり、特にセラミックハニカムフィルタの製造においては既存の製法に比べ格段と信頼性が高く、緊密に封止され、耐熱性に優れたセラミックハニカムフィルタ

を容易に製造する封止方法であつて、ディーゼルエンジンその他の内燃機関の高温排気ガス中の微粉炭塵の除去等に極めて有効であり、またその他ハニカム構造体の強化等広く応用が可能であり産業上極めて有用である。

図面の簡単な説明

第1図はセラミックハニカムフィルタの一例を

11

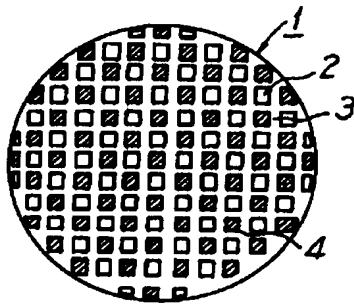
示す正面図、第2図は第1図の一部切欠き側面図、第3図は外周部が強化されたセラミックハニカム構造体の一例を示す正面図、第4図は第3図の側面の断面図、第5図はハニカム構造体外周付近異形セルの説明図、第6図はハニカム構造体開口端面封止におけるフィルム穴あけ状態の説明図、第7図は封じ材スラリー導入後の封止する貫通孔端面の状態の説明図、第8図は封じ材スラリ

12

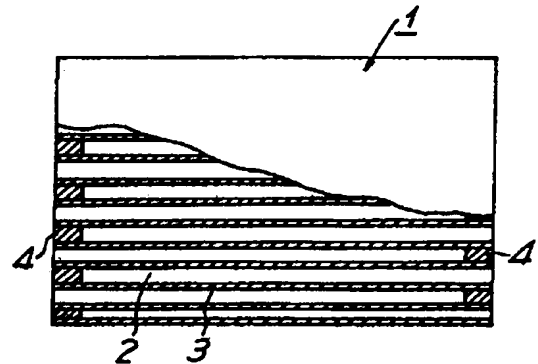
ーおよび坯土状封じ材導入後の封止する貫通孔端面の状態の説明図である。

1……ハニカム構造体、2……貫通孔、3……多孔質セラミック隔壁、4……貫通孔封じ材、5……ハニカム構造体外周部異形セル、6……ハニカム構造体開口端面に貼られたフィルム、7……封じ材導入用の穴、8……封じ材スラリーによる封じ材、9……坯土状封じ材による封じ材。

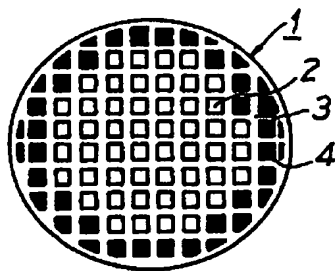
第1図



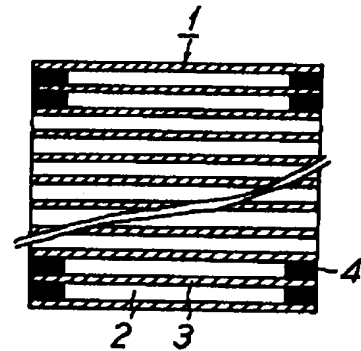
第2図



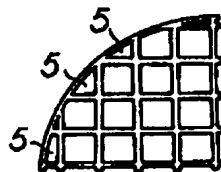
第3図



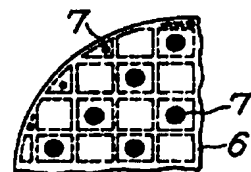
第4図



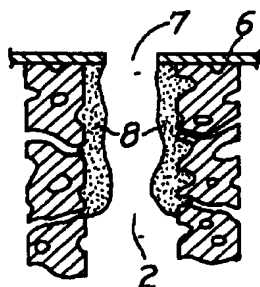
第5図



第6図



第 7 図



第 8 図

